

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 858 273**

21 Número de solicitud: 202030261

51 Int. Cl.:

**H01M 8/0234** (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN

B2

22 Fecha de presentación:

**31.03.2020**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**30.09.2021**

Fecha de concesión:

**21.02.2022**

45 Fecha de publicación de la concesión:

**28.02.2022**

73 Titular/es:

**UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE CARTAGENA  
(100.0%)**

**Plaza Cronista Isidoro Valverde, s/n Ed. La  
Milagrosa  
30202 CARTAGENA (Murcia) ES**

72 Inventor/es:

**LÓPEZ CASCALES, José Javier y  
JERÉZ NAVARRO, Andrés**

74 Agente/Representante:

**GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo**

54 Título: **Nuevas capas de difusión de gases para pilas de combustible y su procedimiento de obtención**

57 Resumen:

Nuevas capas de difusión de gases para pilas de combustible y su procedimiento de obtención.

La presente invención se refiere a una GDL para celdas de combustible tipo PEM formada por una capa de sustrato macroporoso (MPS) y una microcapa porosa de carbón (MPL), estando la MPS formada por fibras de carbón y fibras vegetales, donde las fibras vegetales comprenden mayoritariamente fibras de esparto. Asimismo, se contempla el procedimiento para fabricar las GDLs que comprende: a) Generación de una pasta de papel-carbón, empleando fibras vegetales de esparto, b) Filtrado; c) Homogeneización; d) Prensado y compactación de la película de papel-carbón en frío; e) Curado de la película de papel-carbón a temperatura ambiente durante un periodo mínimo de 12 horas, f) Generación de la MPS por tratamiento térmico de la película de papel-carbón curada a temperaturas no superiores a 1.050°C; g) Obtención de la capa MPL; h) Aplicación a la GDL obtenida de una disolución acuosa de perfluoroexano al 2% y posterior proceso de curado a 100-150°C durante 10-20 minutos.

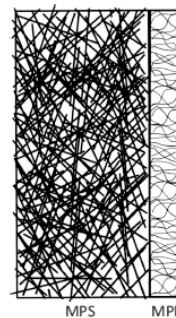


FIG. 1

ES 2 858 273 B2

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 41 LP 24/2015. Dentro de los seis meses siguientes a la publicación de la concesión en el Boletín Oficial de la Propiedad Industrial cualquier persona podrá oponerse a la concesión. La oposición deberá dirigirse a la OEPM en escrito motivado y previo pago de la tasa correspondiente (art. 43 LP 24/2015).

## DESCRIPCIÓN

Nuevas capas de difusión de gases para pilas de combustible y su procedimiento de obtención

5

### **Campo de la invención**

La presente invención se refiere al sector de las pilas de combustible. En particular contempla nuevas capas de difusión de gases, para celdas de combustible del tipo membrana de intercambio de protones, que emplean fibras de esparto en la composición de la capa de sustrato macroporoso. Asimismo, se contempla su procedimiento de obtención.

10

### **Antecedentes de la invención**

Las capas de difusión de gases (GDLs) son uno de los elementos fundamentales que conforman el corazón de las pilas de combustible del tipo membrana de intercambio de protones (PEM), junto al catalizador y a la membrana protónica.

15

Entre las funciones principales que llevan a cabo las GDLs en una pila de combustible, podemos destacar las siguientes:

20

1.- Proporcionan el medio para el transporte eléctrico hasta los colectores de corriente de la pila.

2.- Optimizan la distribución del hidrógeno y del oxígeno en la superficie del catalizador.

25

3.- Gestionan el agua generada en el interior de la pila asociada a la reacción electroquímica que tiene lugar.

La tecnología de pilas de combustible ha alcanzado un estado de madurez que está permitiendo su implantación en una amplia variedad de sectores industriales. Así Ballard Power Systems ([www.ballard.com](http://www.ballard.com)), Fuel Cell Earth ([www.fuelcellearth.com](http://www.fuelcellearth.com)) y General Electric ([www.ge.com](http://www.ge.com)) han desarrollado diferentes tipos de pilas de combustible para diferentes tipos de aplicaciones, las cuales abarcan desde pilas de baja potencia en dispositivos móviles, hasta plantas de cogeneración del orden de megavatios.

30

Respecto a aplicaciones concretas, las pilas de combustible están acaparando un gran interés en campos tan diversos como el naval (proyecto de submarino S-80 desarrollado en las instalaciones de Navantia, en Cartagena) o el de la automoción, donde empresas tan conocidas como Hyundai, Toyota y Honda, están apostando de forma muy decidida por vehículos eléctricos impulsados por pilas de combustible. En este sentido, destaca la apuesta de Hyundai, donde dicha compañía planea la producción de 500.000 vehículos eléctricos impulsados por pilas de combustible de su modelo Nexu hasta 2030.

En el documento US2010129696A1 (HYUNDAI MOTOR) se describe una capa de difusión de gases para una pila de combustible con una estructura dual, formada por un sustrato macroporoso (MPS) y una capa microporosa (MPL), con un espesor de 0,2-0,3 mm y una porosidad del 50-90%.

En relación con las GDLs empleadas en pilas de combustible del tipo PEM, indicar que no hay ninguna empresa a nivel nacional que se dedique a su producción, estando el mercado internacional dominado por las empresas SGLCARBON ([www.sglicarbon.com](http://www.sglicarbon.com)) que comercializa sus GDLs bajo la marca comercial SIGRACET, y Toray Industries ([www.toray.com](http://www.toray.com)) que comercializa sus GDLs bajo la marca comercial TORAY.

Así, en el documento EP2958174A1 (TORAY INDUSTRIES) se divulga una capa de difusión de gases formada por un sustrato poroso con fibras de carbón de espesor 0,06-0,3 mm y una capa porosa con partículas carbonosas con un polímero hidrofóbico de espesor 10-55  $\mu\text{m}$ . Asimismo, el documento divulga un procedimiento para la fabricación de dicha capa de difusión de gases empleando altas temperaturas. En primer lugar, prepara una lámina mediante el método de pasta de papel a partir de una mezcla de pulpa (ej. pulpa de madera) y fibras de carbono; impregna la lámina con una dispersión acuosa de resina epoxi y un aditivo (ej. grafito); temple por calentamiento con aire o prensado en caliente y lleva a cabo una etapa de carbonización de la lámina a alta temperatura (1300-3000°C); llevando a cabo posteriormente un tratamiento hidrofóbico con una resina fluorada. En este punto se obtiene un sustrato poroso de fibras de carbono. A continuación se desarrollan las siguientes etapas: preparación de una dispersión acuosa de partículas de carbón y un polímero hidrofóbico; infiltración de la dispersión en el sustrato obtenido con anterioridad; escurrido; secado a 80-200°C; formación de una película porosa por recubrimiento de la superficie de sustrato (ej. técnica de espray) con una dispersión de partículas carbonosas y un polímero hidrofóbico;

secado a una temperatura de 80-200°C; finalizando con un tratamiento térmico a 300-380°C.

El documento de Yarar Kaplan, B. et al *“Flexible carbon-cellulose fiber-based composite gas diffusion layer for polymer electrolyte membrane fuel cells”*. *J Mater Sci* **52**, 4968–4976 (2017).

5 <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0734-6>, divulga un procedimiento de fabricación de una MPS con las siguientes etapas: generación de una pasta de fibras de papel reciclado, filtrado, secado a 90°C en vacío, y posterior prensado en caliente a 10MPa, 150°C, durante 30 minutos. En este proceso, por su naturaleza, las GDLs generadas no son sometidas a ningún proceso posterior de carbonización/grafitización a temperaturas iguales o superiores a 1000  
10 °C que mejoren su conductividad eléctrica.

El documento CN110085878A (WUHAN VISION HYDRAV FUEL CELL TECH) describe un método para la preparación de una capa de difusión de gases para pilas de combustible de tipo PEM utilizando bambú como materia prima, en el que se lleva a cabo una etapa de  
15 prensado de la capa de fibra vegetal a 1500-2500°C y 1-5 MPa durante 0,5-3h para formar una hoja de fibras de bambú.

Los autores de la presente invención, tras un importante trabajo de investigación, han desarrollado un nuevo método de fabricación de GDLs que proporciona importantes ventajas  
20 y efectos técnicos a las pilas de combustible en sus diferentes aplicaciones.

Entre las características que han de cumplir dichas GDLs se destacan: una elevada conductividad eléctrica, una alta permeabilidad a los gases, una elevada hidrofobicidad y una gran estabilidad frente a horas de funcionamiento en una pila de combustible. En este sentido,  
25 las GDLs de la presente invención se caracterizan por haber incorporado un elevado contenido en fibras de origen natural a su composición, en concreto fibras de esparto, que le confieren unas características físico-químicas y de durabilidad que resultan ser óptimas para su empleo en las pilas de combustible.

30 La optimización de los diferentes procesos de fabricación de dichas GDLs, frente a los descritos en el estado de la técnica, con una reducción en la temperatura empleada en las diferentes etapas de fabricación y la eliminación del empleo de disolventes orgánicos, junto con la mejora de las características de las GDLs, gracias al empleo de fibras vegetales en su composición, hacen de las GDLs de la invención un producto mucho más ventajoso en sus

costes de fabricación y un producto mucho más respetuoso con el medioambiente a lo largo de todo su proceso de producción.

### **Breve descripción de las figuras**

5

**Figura 1.** Esquema de la estructura de una GDL incluyendo la capa del sustrato macro poroso (MPS) y la capa microporosa (MPL).

**Figura 2.** Esquema del procedimiento de fabricación de las GDLs de la presente invención.

10

**Figura 3.** Imagen de TEM de las fibras de algodón (**A**) y esparto (**B**) empleadas en la fabricación de las MPS.

**Figura 4.** Visión frontal (A) y lateral (B) de las GDLs sintetizadas. En (B) se observan las propiedades hidrofóbicas de dichas GDLs.

15

### **Descripción detallada de la invención**

Los autores de la presente invención han desarrollado un método de fabricación de nuevas GDLs que permite la incorporación de fibras de origen vegetal (mayoritariamente de esparto) a la composición de las GDLs a partir del empleo de una mezcla de aditivos que permiten controlar la morfología de las nuevas GDLs fabricadas, de forma que se consiguen unas características únicas, tanto en lo que respecta a su morfología como a sus características eléctricas y mecánicas.

25

En un aspecto principal de la invención se contempla una capa de difusión de gases (GDLs) para celdas de combustible del tipo membrana de intercambio de protones (PEM) formada por una capa de sustrato macroporoso (MPS) y una microcapa porosa de carbón (MPL), caracterizada porque la capa de sustrato macroporoso (MPS) está formada por una combinación de fibras de carbón y fibras vegetales, donde las fibras vegetales comprenden mayoritariamente fibras de esparto.

30

En la presente invención, "mayoritariamente" se refiere a que las fibras vegetales comprenden un porcentaje de fibras de esparto mayor del 50% del total de fibras vegetales. Además del esparto, las fibras vegetales de la MPS pueden comprender fibras de algodón.

- 5 El empleo del esparto en la composición de la MPS supone la utilización de unas fibras vegetales que son obtenidas a partir de un cultivo con una escasa demanda hídrica, en comparación con otras fibras vegetales (como son el propio algodón o el bambú). Este es un aspecto fundamental cuando se busca fabricar productos bajo unos estrictos parámetros de sostenibilidad, dada la escasez de recursos hídricos existentes a nivel mundial. De este modo,
- 10 el empleo del esparto en su fabricación evitará el empleo de recursos hídricos para el desarrollo de un producto tecnológico como son las MPS, en detrimento del empleo de dichos recurso para alimentación.

- En una realización particular de la invención, la MPS y la MPL tienen un espesor comprendido
- 15 entre 0,15 y 1 mm y 35 y 60 micras, respectivamente.

En una realización preferida, las fibras vegetales de la MPS están presentes en un 10-60% del total de la masa de la MPS.

- 20 Otro aspecto principal de la presente invención contempla un procedimiento de fabricación de la capa de difusión de gases (GDLs) para celdas de combustible del tipo membrana de intercambio de protones (PEM). Dicho procedimiento comprende las siguientes etapas de fabricación:

- 25 a) Generación de una pasta de papel-carbón mezclando homogéneamente en solución acuosa los siguientes componentes:
- 0,05-0,25 mg de metil celulosa,
  - 5-20 ml de cola blanca al agua,
  - 1,5-2,5 g de fibra de carbón de 0,5-3 mm de longitud,
  - 30 - 0,5-4 g de fibra vegetal, que comprende mayoritariamente fibras de esparto,
  - 6-10 ml de epoxi soluble en agua, y
  - 0,5-1,5 g de grafito con un tamaño de grano de entre 10 y 30 micras,

- b) Filtrado de la pasta de papel-carbón generada en a) con una presión de vacío de 300-1.000 Pa,
- 5 c) Homogeneización de la película de papel-carbón obtenida en b) mediante prensado de la misma entre dos rodillos con 0,5-3 mm de separación,
- d) Prensado y compactación de la película de papel-carbón en frío, a temperaturas entre 20 y 30 °C, aplicando una presión de  $1-4 \times 10^6$  Pa, durante 1-3 minutos,
- 10 e) Curado de la película de papel-carbón a temperatura ambiente durante un periodo mínimo de 12 horas,
- f) Generación de la capa de sustrato macroporoso (MPS) por tratamiento térmico de la película de papel-carbón curada, obtenida en e), en las siguientes etapas:
- 15 - 60-90 °C durante 12-48 horas,  
- 180-220 °C durante 8-24 horas,  
- 280-350 °C durante 1-5 horas, seguido de la aplicación mediante aerografía, sobre una de las caras del papel-carbón, de una disolución conteniendo entre 0,001 y 0,005 g de nanopartículas de plata con un
- 20 diámetro de entre 5 nm y 5 micras, dispersadas en 40-70 ml de isopropil alcohol y 2-4 ml de epoxi soluble en agua, y  
- 900-1.050°C durante 5-40 minutos,
- g) Obtención de la capa de difusión micro porosa de gases (MPL) depositando mediante aerografía o electroespray, a 40-70°C, una microcapa de carbón de acetileno sobre una de las caras de la capa de sustrato macroporoso (MPS) obtenida en f), formando una película delgada de carbón de 1-4 mg/cm<sup>2</sup>, y
- 25 h) Aplicación a la capa de difusión de gases (GDL) obtenida en g), formada por la MPS y la MPL, de una disolución acuosa de perfluoroexano al 2% mediante aerografía, y
- 30 posterior proceso de curado a 100-150 °C durante 10-20 minutos.

En realizaciones particulares, las fibras vegetales empleadas en el paso a) para la generación de la pasta de papel-carbón pueden comprender una mezcla de fibras de esparto y fibras de algodón.

- 5 En particular, el método de fabricación presenta una ventaja fundamental frente a los procedimientos descritos en el estado de la técnica dado que, en la presente invención, el proceso se lleva a cabo en medio acuoso, evitando el empleo de disolventes orgánicos, empleando además fibras de esparto como fibra vegetal en la fabricación de la MPS que, mezcladas, opcionalmente, con fibras de algodón permite controlar la morfología de la MPS,  
10 y un posterior tratamiento térmico a temperaturas inferiores a las actualmente empleadas, de tan solo 1.000 °C.

Además, el empleo de metil celulosa en el proceso de fabricación de la pasta de papel, es un parámetro crítico para controlar el proceso de filtrado a partir del ajuste de la viscosidad de la disolución en el proceso de preparación de la pasta de papel, que posteriormente le va a  
15 conferir unas propiedades especiales a la MPS.

El prensado de la "pasta de papel" para la producción de las MPS, tiene lugar a temperatura ambiente, sin la necesidad de requerir temperaturas elevadas. Este hecho facilita el proceso  
20 de fabricación de las MPS, y abarata sus costos de producción al disminuir su factura energética.

El proceso de carbonización/grafitización de la MPS (etapa f), tiene lugar a la temperatura de 1.000°C y sin atmósfera inerte, frente a las temperaturas de 1.300-2.500 °C que son  
25 empleadas en otros métodos de producción y que requieren una atmósfera inerte en el proceso. Este hecho supone un ahorro muy considerable, tanto en la factura energética de producción de las MPS (por encima del 40%), como en la reducción de las emisiones de CO<sub>2</sub> durante su proceso de fabricación.

- 30 La hidrofobicidad de la MPS y de la MPL que forma la GDL se ajusta mediante espray de una emulsión acuosa de perfluoroexano al 2%.

Así, con el método de la presente invención se consigue 1) reducir de forma notable el impacto medioambiental durante todo su proceso de producción, al evitar el empleo de disolventes  
35 orgánicos, 2) se utilizan, por primera vez, fibras vegetales de esparto que son producidas con



una escasa demanda hídrica, y 3) el tratamiento térmico al que son sometidas las MPS tiene lugar a la temperatura de tan solo 1.000 °C, todo ello sobre la base de que el producto final obtenido presenta unas características de conductividad eléctrica y porosidad, gracias a su composición, que lo hacen ideal para su empleo en las pilas de combustible.

5

### **Descripción de una realización preferida de la invención**

En la Figura 1 se muestra la estructura básica de las GDLs de la presente invención. Dicha estructura está constituida por una primera capa macroporosa (MPS), de aproximadamente 10 0.30 mm de espesor, que ha de proporcionar una excelente conductividad eléctrica, unas buenas características mecánicas y una elevada porosidad. Junto a dicha MPS, se encuentra una microcapa porosa (MPL) de aproximadamente 60 micras de espesor, compuesta fundamentalmente por una delgada capa de carbón, cuya misión fundamental es la de distribuir los gases reactantes en la pila de combustible de una forma homogénea, hasta 15 alcanzar la superficie del catalizador en el electrodo.

Como se esquematiza en la Figura 2, el proceso de fabricación de las GDLs consta de 7 etapas claramente diferenciadas. A continuación, se describe de forma detallada tanto los componentes como el método de fabricación seguido en cada una de las etapas del proceso 20 de síntesis de las GDLs.

#### **a) Generación de la pasta de papel.**

La pasta de papel generada consta de los siguientes componentes:

25

- 0,15 mg de metil celulosa,
- 15 ml de cola blanca al agua,
- 1,9 g de fibra de carbón de 1mm de longitud,
- 0,5 - 3 g de fibra vegetal de diferente composición (algodón/esparto),
- 8,5 ml de epoxi soluble en agua, y
- 1,1 g de grafito con un tamaño de grano de entre 15-20 micras.

30

Todos los componentes anteriormente determinados, son mezclados en un volumen de 1,5 l de agua osmotizada y agitados durante 15 minutos para homogeneizar la mezcla.

**b) Filtrado**

Una vez conseguida una mezcla homogénea en el apartado anterior, se procede a su filtrado en un embudo Buchner de 160 mm de diámetro, con una presión negativa de vacío de tan solo 500 Pa. La película de papel filtrada es recortada en forma cuadrada de 12 cm de lado.

**c) Homogeneización de la película de papel**

Con el fin de homogeneizar el espesor de la película de papel generada, se procede a prensar la pasta de papel que ha sido filtrada en el apartado 2 entre dos rodillos con 1 mm de separación. Dicho prensado ha de realizarse en varias direcciones con el fin de homogeneizar los espesores de la MPS generada y homogeneizar su composición.

**d) Prensado**

Una vez la película de papel ha sido generada, se procede al prensado en frío de la película de papel, aplicando una presión homogénea de  $2,55 \cdot 10^6$  Pa (26 kg/cm<sup>2</sup>), durante 2 minutos.

**e) Curado**

El curado de la película de papel que da lugar a la MPS tiene lugar en una prensa manual, a temperatura ambiente, durante un periodo mínimo de 12 horas.

**f) Tratamiento térmico**

Con el fin de mejorar y optimizar tanto la permeabilidad como la conductividad eléctrica de las MPS, las películas de papel carbón se ven sometidas al siguiente tratamiento térmico:

- 80 °C durante 24 horas.
- 200 °C durante 12 horas
- 300 °C durante 2 horas

Una vez concluido dicho tratamiento térmico, una disolución que contiene 0.0022 g de nanopartículas de plata de 5 nm de diámetro, disueltas en 60 ml de isopropanol y 2,9 ml de

epoxi soluble en agua, es aplicada mediante aerografía sobre una de las caras del papel carbón fabricado de 12x12 cm.

- 5 - Como paso final, se somete al papel carbón a una temperatura de 1000 °C durante 15 minutos, para generar definitivamente la MPS.

#### **g) Deposición de la MPL**

10 Mediante aerografía, depositamos una película delgada de carbon black de acetileno sobre una de las caras de la MPS soportada sobre una plancha caliente a 60 °C, hasta alcanzar una concentración de 1,75 mg/cm<sup>2</sup>, a partir de una disolución de 0,25 g de carbón black en 50 ml de alcohol isopropílico, y 1 ml de una disolución madre de epoxi en agua, que ha sido preparada a partir de 20 ml de una disolución acuosa que contiene 1,75 ml de acelerante + 4 ml de epoxi.

15

#### **h) Aplicación disolución acuosa de perfluoroexano y curado**

20 Por último, con el fin de ajustar su hidrofobicidad, a la GDL de 12x12 cm se le aplica 10 ml de una disolución acuosa de perfluoroexano al 2% mediante aerografía, sometiéndose por último a un proceso de curado a 120 °C durante un periodo de 15 minutos.

25 De este modo se obtiene una capa de difusión de gases (GDL) con un elevado contenido en fibra vegetal de hasta un 60% y una elevada porosidad (40-75%), cuyos poros además tienen muy diferentes tamaños, lo cual le proporciona una elevada conductividad eléctrica (3.500-4.500 S.m<sup>-1</sup>) y una elevada permeabilidad a los gases (5-7 ml/cm<sup>2</sup>.s).

30 En la figura 3 se observa una imagen TEM de fibras de algodón (A) y esparto (B) empleadas en la fabricación de las MPS. Como se observa de la naturaleza de dichas fibras, las nuevas MPS presentan una morfología particular en función de la composición de dichas fibras, después del proceso de carbonización al que son sometidas. Así, propiedades tales como la permeabilidad a los gases, la porosidad y su conductividad eléctrica (propiedades características que determinan la idoneidad de las GDLs en una pila de combustible y que pueden variar hasta en un 20% en función de la composición de la fibra vegetal empleada), pueden ser ajustadas a partir de la variación de la composición en dichas fibras.

Las GDLs sintetizadas presentan además una elevada hidrofobicidad, como se aprecia en la Figura 4 (B), para optimizar la evacuación del agua generada en el proceso electroquímico que tiene lugar en el interior de la pila, permitiendo al mismo tiempo el que los gases puedan alcanzar la superficie del catalizador.

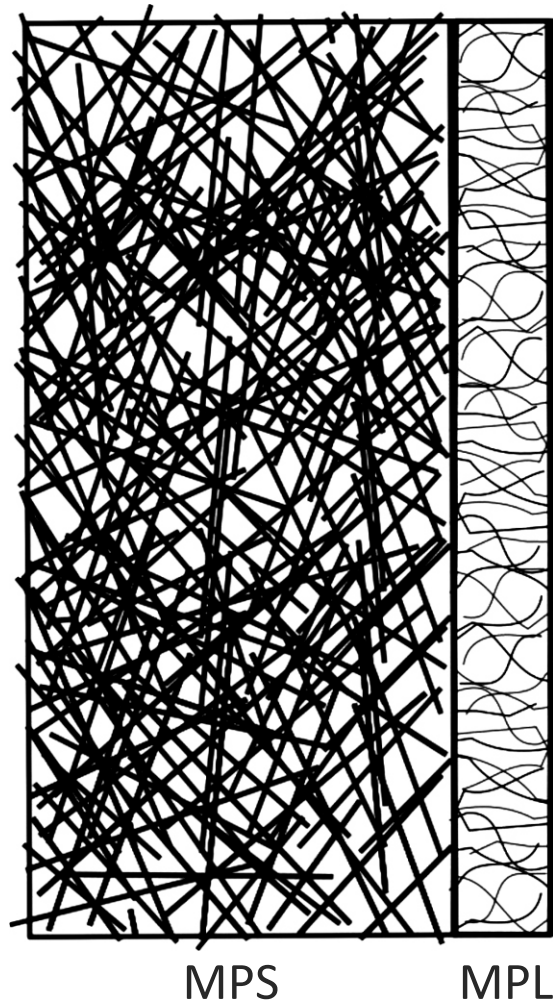
5

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Capa de difusión de gases (GDL) para celdas de combustible del tipo membrana de intercambio de protones (PEM) formada por una capa de sustrato macroporoso (MPS) y una microcapa porosa de carbón (MPL), caracterizada porque la capa de sustrato macroporoso (MPS) está formada por una combinación de fibras de carbón y fibras vegetales, donde las fibras vegetales comprenden mayoritariamente fibras de esparto.
- 10 2. Capa de difusión de gases, según la reivindicación 1, caracterizada porque la MPS tiene un espesor comprendido entre 0,15 y 1 mm.
- 15 3. Capa de difusión de gases, según la reivindicación 1 o 2, caracterizada porque la MPL tiene un espesor comprendido entre 35 y 60 micras.
4. Capa de difusión de gases (GDL), según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizada porque las fibras vegetales de la MPS están presentes en un 10-60% del total de la masa de la MPS.
- 20 5. Capa de difusión de gases (GDL), según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada porque las fibras vegetales de la MPS son una combinación de fibras de esparto y fibras de algodón.
- 25 6. Procedimiento de fabricación de una capa de difusión de gases (GDL) para celdas de combustible del tipo membrana de intercambio de protones (PEM), según las reivindicaciones 1-5, caracterizado porque comprende las siguientes etapas de fabricación:
- 30 a) Generación de una pasta de papel-carbón mezclando homogéneamente en solución acuosa los siguientes componentes:
- 0,05-0,25 mg de metil celulosa,
  - 5-20 ml de cola blanca al agua,
  - 1,5-2,5 g de fibra de carbón de 0,5-3 mm de longitud,

- 0,5-4 g de fibra vegetal, que comprende mayoritariamente fibras de esparto,
  - 6-10 ml de epoxi soluble en agua, y
  - 0,5-1,5 g de grafito con un tamaño de grano de entre 10 y 30 micras,
- 5 b) Filtrado de la pasta de papel-carbón generada en a) con una presión de vacío de 300-1.000 Pa,
- c) Homogeneización de la película de papel-carbón obtenida en b) mediante prensado de la misma entre dos rodillos con 0,5-3 mm de separación,
- 10 d) Prensado y compactación de la película de papel-carbón en frío, a temperaturas entre 20 y 30 °C, aplicando una presión de  $1-4 \times 10^6$  Pa, durante 1-3 minutos,
- e) Curado de la película de papel-carbón a temperatura ambiente durante un periodo mínimo de 12 horas,
- 15 f) Generación de la capa de sustrato macroporoso (MPS) por tratamiento térmico de la película de papel-carbón curada, obtenida en e), en las siguientes etapas:
- i. 60-90 °C durante 12-48 horas,
  - ii. 180-220 °C durante 8-24 horas,
  - iii. 280-350 °C durante 1-5 horas, seguido de la aplicación mediante aerografía, sobre una de las caras del papel-carbón, de una disolución
  - 20 conteniendo entre 0,001 y 0,005 g de nanopartículas de plata, con un diámetro de entre 5 nm y 5 micras, dispersadas en 40-70 ml de isopropil alcohol y 2-4 ml de epoxi soluble en agua, y
  - iv. 900-1050°C durante 5-40 minutos,
- 25 g) Obtención de la capa de difusión micro porosa de gases (MPL) depositando mediante aerografía o electroespray, a 40-70°C, una microcapa de carbón black de acetileno sobre una de las caras de la capa de sustrato macroporoso (MPS) obtenida en f), formando una película delgada de carbón de 1-4 mg/cm<sup>2</sup>, y
- 30 h) Aplicación a la capa de difusión de gases (GDL) obtenida en g), formada por la MPS y la MPL, de una disolución acuosa de perfluoroexano al 2% mediante aerografía, y posterior proceso de curado a 100-150 °C durante 10-20 minutos.

7. Procedimiento según la reivindicación 6 donde las fibras vegetales empleadas en el paso a) para la generación de la pasta de papel-carbón comprenden una mezcla de fibras de esparto y fibras de algodón.



**FIG. 1**

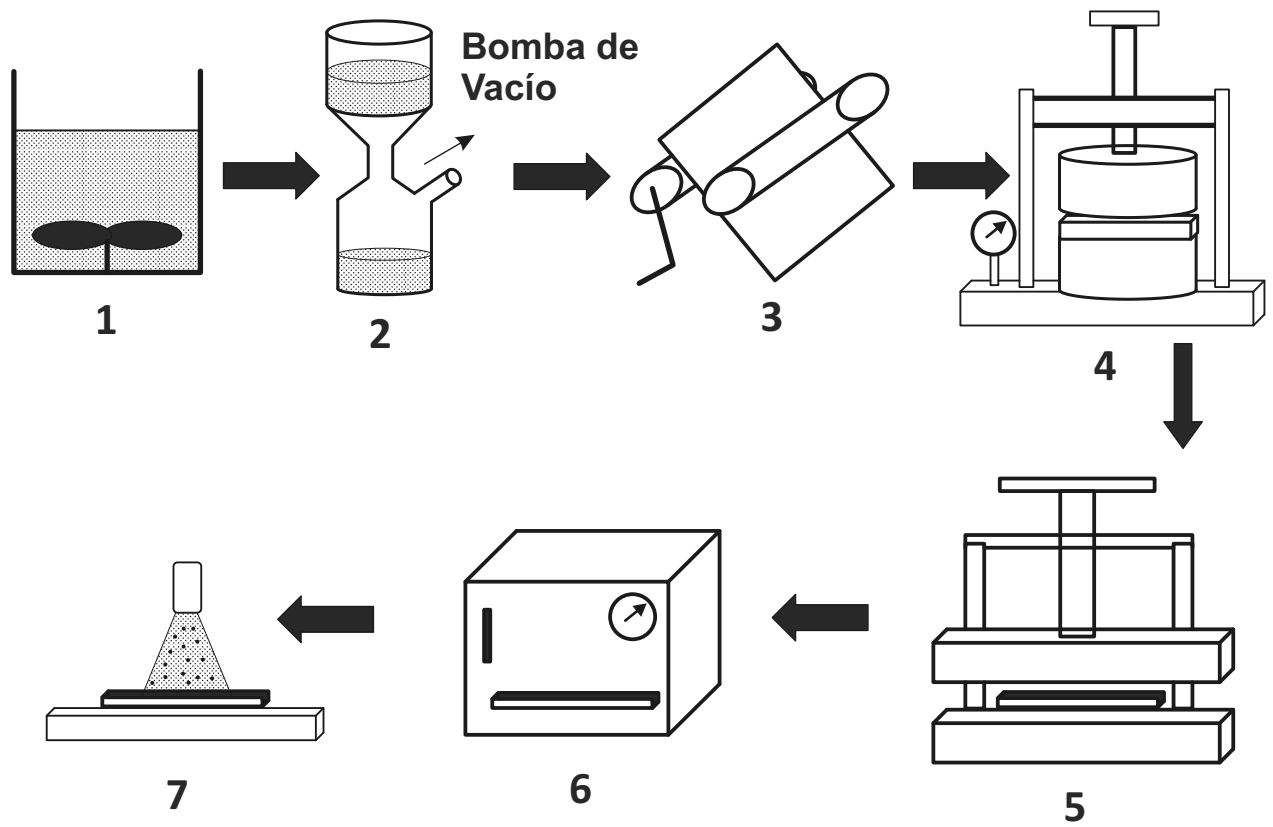
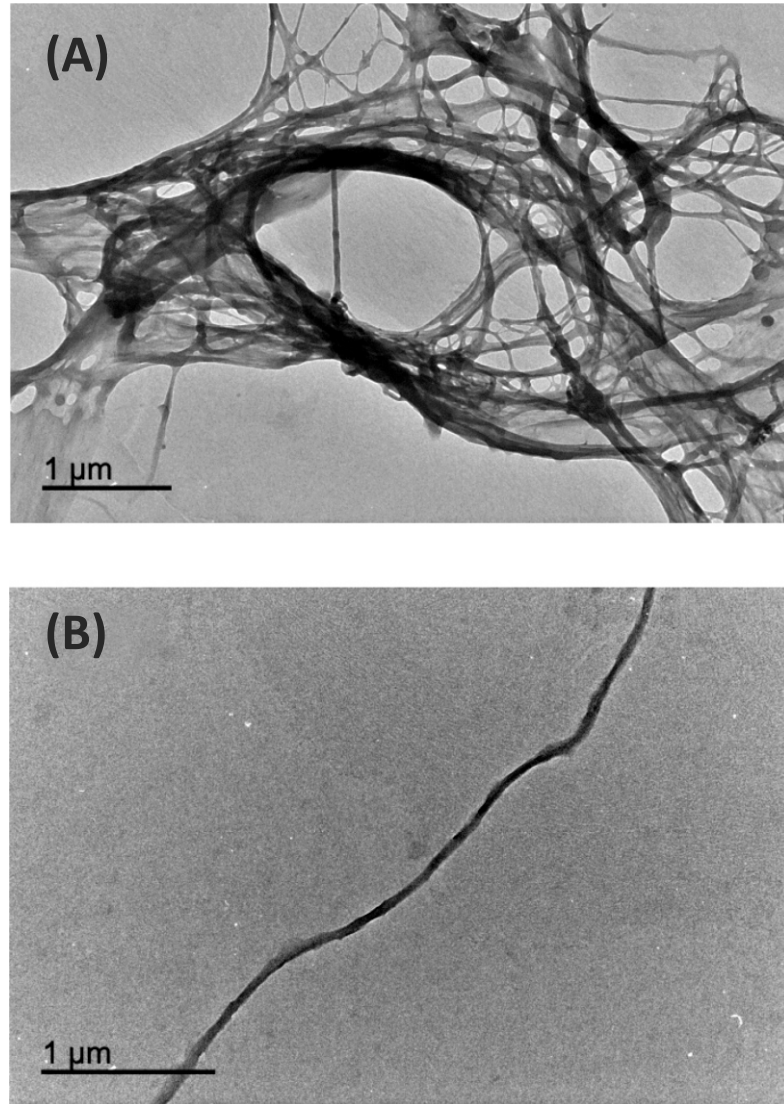
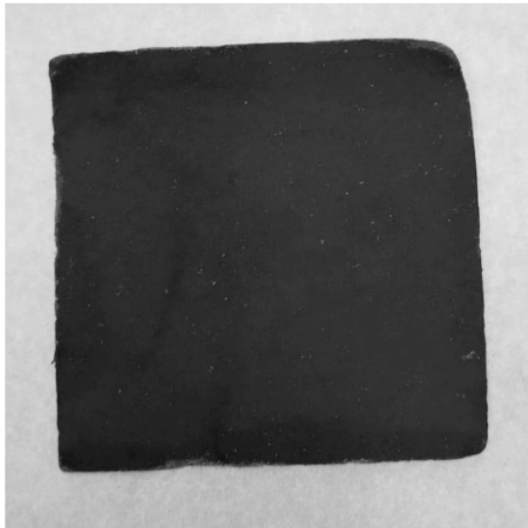


FIG. 2





**FIG. 3**



(A)



(B)

**FIG. 4**